

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭53—64262

⑪Int. Cl.²
C 08 L 69/00
C 08 K 5/42

識別記号
C A B

⑫日本分類
25(1) D 34
25(1) A 231.42

庁内整理番号
7144—48
7144—48

⑬公開 昭和53年(1978)6月8日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ポリカーボネート樹脂の安定化方法

⑮特 願 昭51—139163

⑯出 願 昭51(1976)11月19日

⑰発 明 者 山名広亮
名古屋市千種区東山元町4—15—8

同 菅野順一郎

⑱発 明 者 四日市市石塚町7—40
国井忠

同 四日市市笹川9丁目7
杉村佳有

⑲出 願 人 四日市市笹川8丁目45
三菱瓦斯化学株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

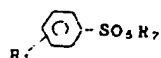
明 細 書

1 発明の名称

ポリカーボネート樹脂の安定化方法

2 特許請求の範囲

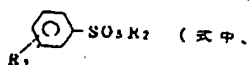
ポリカーボネート樹脂に一般式



(式中、R₁ は炭素数0—12のアルキル基、R₂ は炭素数1—6のアルキル基をそれぞれ示す)で示される芳香族スルホン酸エステルを添加することを特徴とするポリカーボネート樹脂の安定化方法

3 発明の詳細な説明

本発明はポリカーボネート樹脂の安定化方法に関する発明である。更に詳しくはポリカーボネート樹脂に一般式



R₁ は炭素数0—12のアルキル基を、R₂ は

炭素数1—6のアルキル基をそれぞれ示す)で示される芳香族スルホン酸エステルを添加することを特徴とするポリカーボネート樹脂の安定化方法に関する発明である。

ビスフェノールAタイプのポリカーボネートは工業的にはビスフェノールAとジフェニルカーボネートとのエステル交換反応(熔融法)、ビリジンを塩化メチレンの存在下でビスフェノールAとホスゲンとを反応させるビリジン法またはカセイソーダ水溶液、塩化メチレンの存在下でビスフェノールAとホスゲンとを反応させるホスゲン法(溶液法)等により製造される。これらの製造法のなかでエステル交換反応(熔融法)の場合はビスフェノールAとジフェニルカーボネートとを塩基性触媒を用いて不活性ガス中で減圧下で200—300℃の温度でフェノールを留出除去させながら反応を行なわせる方法が一般的に行なわれている。ポリカーボネート樹脂はエンジニアリングプラスチックとして特にすぐれた性質を有するので種々の用途

に利用されている。しかし高温において成形する場合に次の様な欠点を有する。即ち水分を含んだポリカーボネート樹脂を例えば300℃近くの温度で成形した場合にはポリカーボネート樹脂の加水分解または熱分解がおこり、ポリカーボネート樹脂の性能低下をおこす場合がある。従つてポリカーボネート樹脂に含まれる水分の量を0.03%以下まで例えば乾燥法によつて除く方法が一般的にとられている。

この様にポリカーボネート樹脂を乾燥して後、水分が少ない状態にしたポリカーボネート樹脂を熱成形した場合でも、露酸反応により製造したポリカーボネート樹脂の場合に熱成形により数%の分子量低下をおこし結果的には成形品の物性をそこなわせる欠点がある。

従来、ポリカーボネート樹脂の安定剤としてはリン化合物特にホスファイト系の化合物が多く用いられて来たが、これらの化合物はポリカーボネートの着色防止には効果があつたが、分子量の低下を防止する効果はなかつた。

は0.01重量%前後である。

本発明方法において芳香族スルホン酸エステルをポリカーボネート樹脂に添加するには例えばポリカーボネート樹脂を製造した直後に添加するか、またはポリカーボネート樹脂をペレットにした後に添加する等添加時期は適宜選ぶことが出来るが、普通ポリカーボネートに添加した後乾燥を行なうのが一般的である。

本発明方法により安定化されたポリカーボネート樹脂は外觀、物性ともに優れたものであり、一般的に使用されている各種の顔料、染料または可塑剤等を添加しても本発明方法の効果が阻害されることはない。

なお本発明方法の効果の説明において分子量保持率とは加熱処理前または成形前の分子量の比を意味する。

以下実施例により本発明を更に詳しく説明する。

本発明者は露酸反応により製造したポリカーボネートを成形する際の成形品の物性低下を防ぐ方法について鋭意研究を行なつた結果、本発明を完成するに至つた。

本発明において一般式で示される芳香族スルホン酸エステルとしては例えばp-トルエンスルホン酸メチル、ベンゼンスルホン酸メチル、p-トルエンスルホン酸エチルまたはドデシルベンゼンスルホン酸メチル等であるが、しかしこれらの例示された化合物に限られるものではない。

本発明における芳香族スルホン酸エステルのなかで特に好ましい化合物はp-トルエンスルホン酸メチルまたはp-トルエンスルホン酸エチル等である。

本発明方法においてポリカーボネート樹脂に添加する芳香族スルホン酸エステルの量はポリカーボネート樹脂に対して一般的には0.01~0.05重量%であり、より好ましい量は0.005~0.02重量%である。また最も好ましい量

文字第1
文字第2
文字第3

実施例 1

ビスフェノールA 456gとジフェニルカーボネート 470gとの混合物に触媒としてビスフェノールAのナトリウム塩 0.002gを添加し、窒素気流下で加熱攪拌して溶解した。内温180℃でエステル化が始まつた。圧力100mmHgで大気分のフェノールを除去した。その後1時間で圧力10mmHg、内温250℃に調節した。この状態を30分放置したのち270℃、1mmHgに調節して1時間放置した。さらに温度を280℃にあげ圧力を0.2mmHgに下げて1時間反応を行なつた。

この様にして得られたポリカーボネート樹脂の分子量を測定した結果24,000であつた。

得られたポリカーボネート樹脂にp-トルエンスルホン酸メチル 0.01重量%を添加し、120℃で乾燥して含水量0.02重量%のポリカーボネート樹脂を得た。次にこのポリカーボネート樹脂をアンプル中に真空封入し、310℃で1時間加熱したのち、分子量を測定した結

少2.500であった。このものの分子量保持率を求めた結果94%であった。また芳香族スルホン酸エステルを加えたポリカーボネート樹脂を成形機で280℃の温度で成形して試験片を得た。このものの分子量を測定した結果23300であった。成形後の分子量保持率を求めると97%であった。

実施例2～7、比較例1～4

実施例1の方法と同様にして得られたポリカーボネート樹脂に種々の芳香族スルホン酸エステルを加え、実施例1と同じ様な試験を行なった。それらの結果を表1に示した。

また比較例として無添加、p-トルエンスルホン酸、p-トルエンスルホン酸フェニルを加した場合の結果を示した。

	化合物名	添加量		加熱処理後の分子量	加熱処理後の分子量保持率(%)	成形後の分子量	成形後の分子量保持率(%)
		(%)	水分含有量(%)				
実施例	1 p-トルエンスルホン酸フェニル	0.01	0.02	22,500	94	23,500	97
	2 "	0.01	0.20	17,100	71	22,100	92
	3 "	0.005	0.22	16,700	70	21,500	90
	4 "	0.05	0.21	16,500	69	21,000	88
	5 ベンゼンスルホン酸メチル	0.01	0.22	17,300	72	21,600	90
	6 p-トルエンスルホン酸エチル	0.01	0.21	16,800	70	21,800	91
	7 p-トルエンスルホン酸フェニル	0.02	0.22	16,900	70	21,400	89
比較例	1 無添加	-	0.23	11,000	46	17,200	72
	2 p-トルエンスルホン酸	0.01	0.02	21,000	87	-	-
	3 "	0.01	0.22	15,200	55	17,800	74
	4 p-トルエンスルホン酸フェニル	0.01	0.22	11,500	48	17,500	73

特許出願人 三菱瓦斯化学株式会社

代表者 相川 豊 吉